
Détermination du point d'éclair — Méthode Abel en vase clos

Determination of flash point — Abel closed-cup method

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 13736:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1bd89c3e-5436-4a8f-bbc0-ee2656a247e4/iso-13736-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1bd89c3e-5436-4a8f-bbc0-ee2656a247e4/iso-13736-2021>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 13736:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1bd89c3e-5436-4a8f-bbc0-ee2656a247e4/iso-13736-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Produits et réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Préparation de l'appareillage	3
7.1 Emplacement de l'appareillage.....	3
7.2 Nettoyage du vase d'essai.....	3
7.3 Examen de l'appareillage.....	3
7.4 Chauffage/Refroidissement.....	4
7.4.1 Bains liquides.....	4
7.4.2 Bains métalliques solides.....	4
7.4.3 Vase d'essai et couvercle.....	4
7.5 Vérification de l'appareillage.....	4
8 Échantillonnage	5
9 Manutention des échantillons	5
9.1 Généralités.....	5
9.2 Sous-échantillonnage.....	5
9.3 Échantillons contenant de l'eau non dissoute.....	6
9.4 Mélange de l'échantillon.....	6
10 Mode opératoire	6
11 Calculs	7
12 Expression des résultats	8
13 Fidélité	8
13.1 Généralités.....	8
13.2 Répétabilité, r	8
13.3 Reproductibilité, R	8
14 Rapport d'essai	8
Annexe A (normative) Appareils Abel de détermination du point d'éclair	10
Annexe B (normative) Mise en place et fixation des thermomètres du vase et du bain de chauffage dans leur bague	17
Annexe C (normative) Spécifications du dispositif de mesure de la température	19
Annexe D (normative) Vérification de l'appareillage	22
Annexe E (informative) Valeurs de point d'éclair de quelques produits chimiques	25
Bibliographie	26

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et produits connexes, combustibles et lubrifiants d'origine synthétique ou biologique*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 19, *Carburants et combustibles gazeux et liquides, lubrifiants et produits connexes, d'origine pétrolière, synthétique et biologique*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième (ISO 13736:2013), qui fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications apportées par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- le [paragraphe 7.5](#) a été plus développé;
- les définitions concernant la fidélité en [13.2](#) et [13.3](#) ont été alignées sur celles de l'ISO 4259-1^[3];
- les thermomètres de contact numériques ont été ajoutés en [Annexe C](#) et de plus amples explications ont été fournies sur les thermomètres en verre;
- l'[Annexe D](#) a été révisée (en particulier l'article concernant l'évaluation des résultats) et convertie en annexe normative;
- une nouvelle [Annexe E](#) sur les valeurs de point d'éclair de quelques produits chimiques a été ajoutée.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

La valeur de point d'éclair est utilisée dans le transport, le stockage, la manutention et la réglementation en matière de sécurité, comme une caractéristique permettant de classer les substances « inflammables » et « combustibles ». Chaque réglementation donne une définition précise de ces catégories.

La valeur du point d'éclair peut indiquer la présence de composés hautement volatils dans une substance relativement non volatile ou ininflammable, et le mesurage du point d'éclair peut constituer une première étape d'une série de recherches pour déterminer la composition de constituants inconnus.

Les mesurages de point d'éclair ne sont pas appropriés pour des produits qui présentent un risque d'instabilité ou qui peuvent se décomposer ou provoquer des explosions, à moins qu'il ait été établi au préalable que le chauffage de la quantité spécifiée de la substance étudiée, à la température spécifiée pour la méthode et au contact des parties métalliques de l'appareil, ne conduit pas à une décomposition, à une explosion ou à tout autre effet indésirable.

Les valeurs de point d'éclair ne constituent pas une constante physico-chimique des produits soumis à essai. Ils dépendent de la conception de l'appareillage, des conditions d'utilisation de l'appareillage utilisé et de la procédure opératoire mise en œuvre. Par conséquent, le point d'éclair ne peut être défini que par rapport à une méthode d'essai normalisée, et il n'est pas possible de garantir de corrélations valides entre des résultats obtenus par des méthodes d'essai différentes ou au moyen d'appareils différents de celui qui est spécifié.

L'ISO/TR 29662^[Z] fournit des conseils utiles pour la réalisation des mesurages du point d'éclair et l'interprétation des résultats.

iTeh Standards
(<https://standards.itih.ai>)
Document Preview

[ISO 13736:2021](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/1bd89c3e-5436-4a8f-bbc0-ee2656a247e4/iso-13736-2021)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/1bd89c3e-5436-4a8f-bbc0-ee2656a247e4/iso-13736-2021>

Détermination du point d'éclair — Méthode Abel en vase clos

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut impliquer l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. Le présent document n'est pas censé aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de ce document de prendre les mesures appropriées pour assurer la sécurité et préserver la santé du personnel et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction à cette fin.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode manuelle et automatisée de détermination du point d'éclair en vase clos des combustibles liquides dont les points d'éclair sont compris entre $-30,0\text{ °C}$ et $75,0\text{ °C}$. La fidélité donnée pour la méthode ne s'applique toutefois qu'aux points d'éclair compris entre $-8,5\text{ °C}$ et $75,0\text{ °C}$.

Le présent document n'est pas applicable aux peintures à base d'eau.

NOTE 1 Les peintures à base d'eau peuvent être soumises à essai en utilisant l'ISO 3679^[1].

NOTE 2 Voir 9.1 concernant l'importance, lors de cet essai, d'éviter la perte de composés volatils.

NOTE 3 Les liquides contenant des composés halogénés peuvent donner des résultats anormaux.

NOTE 4 Le thermomètre spécifié pour l'appareillage manuel limite la température d'essai supérieure à $70,0\text{ °C}$.

NOTE 5 Voir 13.1 pour plus d'informations sur la précision.

2 Références normatives

ISO 13736:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1bd89c3e-5436-4a8f-bbc0-ee2656a247e4/iso-13736-2021>

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3170, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

ISO 3171, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage automatique en oléoduc*

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1 point d'éclair

température la plus basse de la prise d'essai, ajustée pour tenir compte des variations de la pression atmosphérique de 101,3 kPa, à laquelle la présentation d'une source d'inflammation provoque l'inflammation des vapeurs émises par cette prise d'essai et la propagation d'une flamme à la surface du liquide dans les conditions d'essai spécifiées

4 Principe

La prise d'essai est placée dans le vase d'un appareil Abel et chauffée avec une augmentation constante de la température et sous agitation permanente. À intervalles de température réguliers, une source d'inflammation est présentée devant une ouverture dans le couvercle du vase tout en interrompant simultanément l'agitation. Le point d'éclair à la pression ambiante est relevé comme étant la température la plus basse à laquelle source d'inflammation provoque l'inflammation des vapeurs au-dessus de la prise d'essai et la propagation d'une flamme à la surface du liquide. La température est ajustée pour tenir compte des variations de la pression atmosphérique de 101,3 kPa par l'utilisation d'une formule.

5 Produits et réactifs

5.1 Solvant de nettoyage, pour éliminer les traces d'échantillons du vase d'essai et du couvercle.

Le choix du solvant dépend de l'échantillon précédemment soumis à essai et de la solubilité de son résidu. Des solvants aromatiques peu volatils (exempts de benzène) peuvent être utilisés pour enlever les traces d'hydrocarbures, et des mélanges de solvants peuvent être efficaces pour enlever certains résidus de type gommes.

5.2 Liquide de refroidissement, mélange d'eau et de 1,2-éthanediol (éthylène glycol) en volumes égaux, ou mélange d'eau et de glycérol en volumes égaux, ou huile de silicone (facultatif), pour être utilisé dans un bain de refroidissement externe (6.5) ou dans l'appareil Abel (6.1).

5.3 Lubrifiant (facultatif), pour réduire la formation de cristaux de glace sur le couvercle et le mécanisme d'obturation de flamme lorsque les essais sont réalisés à des températures inférieures à 5,0 °C (7.4.3, Note 1).

5.4 Étalons de vérification, produits de référence certifiés (CRM) et étalons secondaires de travail (SWS), tels que décrits dans l'Annexe D.

5.5 Gaz pour système d'inflammation et pour lampe témoin, qui peuvent être du propane, du butane ou du gaz naturel (non exigé si un système d'inflammation électrique est utilisé).

6 Appareillage

6.1 Appareillage de détermination du point d'éclair, tel que spécifié dans l'Annexe A.

En cas d'utilisation d'un appareil automatisé, s'assurer que le vase d'essai et l'assemblage du couvercle sont conformes aux dimensions spécifiées en A.2, et que la procédure décrite dans l'Article 10 est suivie. L'utilisateur doit s'assurer que toutes les consignes du constructeur concernant le montage et le fonctionnement de l'appareil sont bien respectées.

En cas de litige, sauf accord explicite, la méthode manuelle de détermination du point d'éclair utilisant une flamme comme source d'inflammation doit être considérée comme la méthode d'arbitrage en cas de litige.

6.2 Thermomètres.

6.2.1 Thermomètre du vase d'essai, installé tel que spécifié dans l'[Annexe B](#) et conforme aux spécifications fournies dans l'[Annexe C](#).

6.2.2 Thermomètre du bain de chauffage, installé tel que spécifié dans l'[Annexe B](#) et conforme aux spécifications données dans l'[Annexe C](#).

D'autres dispositifs de mesure de la température peuvent être utilisés, sous réserve qu'ils satisfassent aux exigences relatives à l'exactitude et qu'ils aient la même réponse que les thermomètres spécifiés dans l'[Annexe C](#).

6.3 Appareil de mesure de temps, chronomètre ou timer électronique d'une meilleure précision que 5 %.

6.4 Baromètre, mesurant la pression absolue, exact à 0,5 kPa. Les baromètres pré-réglés pour donner une lecture correspondant au niveau de la mer, tels que ceux utilisés dans les stations météorologiques et les aéroports, ne doivent pas être utilisés.

6.5 Bain de refroidissement externe (facultatif), pour aider à refroidir l'appareillage d'Abel et l'échantillon d'essai ([7.4.1](#) et [7.4.2](#)).

6.6 Manteau pour l'isolation thermique du vase (facultatif), pour diminuer la formation de cristaux de glace sur le vase et sur l'assemblage du couvercle lorsque les essais sont réalisés à des températures inférieures à la température ambiante.

7 Préparation de l'appareillage

7.1 Emplacement de l'appareillage

Placer l'appareil Abel ([6.1](#)) sur une surface horizontale et stable, dans une zone exempte de courants d'air.

NOTE Lorsqu'il n'est pas possible d'éviter les courants d'air, les règles de bonne pratique conduisent à protéger l'appareillage par un écran.

En cas d'essai de substances qui rejettent des vapeurs toxiques, il convient de placer l'appareil dans une sorbonne munie d'une régulation spécifique du débit d'air, celui-ci étant réglé de sorte à extraire les vapeurs sans qu'il se produise de courants d'air autour du vase d'essai durant le mesurage.

7.2 Nettoyage du vase d'essai

Nettoyer le vase d'essai avec un solvant approprié ([5.1](#)) afin de retirer toute trace de gomme ou de résidu résultant de l'essai précédent. Sécher avec un courant d'air propre ou au moyen d'une autre procédure éprouvée de façon à éliminer totalement le solvant utilisé.

AVERTISSEMENT — Tout solvant de nettoyage restant peut affecter de manière significative le point d'éclair mesuré d'un échantillon.

7.3 Examen de l'appareillage

Vérifier le vase d'essai, le couvercle et les autres parties, de façon à s'assurer que le matériel n'est pas endommagé et qu'il n'existe pas de dépôts. Si un dégât est observé, régler le problème ou, si c'est impossible, avoir recours à un remplacement. Si des dépôts sont trouvés, les enlever.

7.4 Chauffage/Refroidissement

7.4.1 Bains liquides

Utiliser de l'eau ou, pour des températures de bain proches de ou inférieures à 0 °C, un liquide de refroidissement (5.2), pour remplir complètement le récipient de bain de chauffage et la chambre du bain d'air qui entoure le vase d'essai jusqu'à une hauteur minimale de 38 mm.

Ajuster la température du récipient de bain de chauffage en utilisant un bain de refroidissement externe (6.5) si nécessaire, jusqu'à une température inférieure d'au moins 9,0 °C au point d'éclair présumé ou jusqu'à -35,0 °C en choisissant parmi ces deux possibilités celle qui conduit à la température la plus élevée.

7.4.2 Bains métalliques solides

Suivre les instructions du fabricant pour ajuster la température du récipient de bain jusqu'à une température inférieure d'au moins 9,0 °C au point d'éclair présumé ou jusqu'à -35,0 °C en choisissant parmi ces deux possibilités celle qui conduit à la température la plus élevée.

7.4.3 Vase d'essai et couvercle

Sans serrer, assembler le couvercle et le vase. Ajuster leur température en utilisant un bain de refroidissement externe (6.5) ou un réfrigérateur si nécessaire, à une température inférieure d'au moins 17,0 °C au point d'éclair présumé ou jusqu'à -35,0 °C, en choisissant parmi ces deux possibilités celle qui conduit à la température la plus élevée.

Utiliser le manteau pour l'isolation thermique (6.6) à des températures plus basses.

Vérifier que n'entreront dans le vase d'essai ni du liquide de refroidissement, ni des vapeurs du bain de refroidissement, ce qui pourrait modifier le point d'éclair du produit soumis à essai.

NOTE 1 Refroidir en dessous de 0 °C un couvercle ou un vase d'essai qui comporte des traces d'humidité peut provoquer des collages dus à la glace (par exemple collage de la glissière). Il est généralement suffisant, pour empêcher la formation de glace, de sécher l'appareil avec un chiffon ou du papier absorbant, avant de refroidir en dessous de 0 °C, mais on peut aussi prévenir la formation de glace en utilisant le manteau isolant (6.6) et en enduisant l'extérieur du rebord du vase et la glissière d'un lubrifiant (5.3).

NOTE 2 Un environnement de laboratoire faiblement humide aide à minimiser la formation de cristaux de glace à des températures d'essai inférieures à 5 °C.

7.5 Vérification de l'appareillage

7.5.1 Vérifier les appareils de mesure de la température et le baromètre au moins une fois par an pour vous s'assurer qu'ils sont conformes respectivement aux exigences spécifiées en 6.2 et en 6.4.

7.5.2 S'assurer du bon fonctionnement des sources d'inflammation, conformément aux instructions du fabricant et à cette méthode d'essai.

7.5.3 Vérifier la précision de l'appareillage au moins une fois par an à l'aide d'étalons de référence certifiés (CRM) (voir 5.4 et Annexe D). Il est recommandé que des contrôles de vérification plus fréquents soient faits en utilisant des CRM et des SWS.

Le résultat d'un essai unique obtenu soit pour un CRM soit pour un SWS doit être inférieur ou égal à $R / \sqrt{2}$ de la valeur certifiée du CRM ou de la valeur de référence acceptée (ARV) du SWS, où R est la reproductibilité de la méthode d'essai.

NOTE Ces produits de référence et échantillons de contrôle qualité internes peuvent également être utilisés pour surveiller la stabilité et établir des limites de contrôle statistiques, conformément à l'ASTM D6299^[13] ou à une norme équivalente, si nécessaire.

7.5.4 Ne pas utiliser les valeurs numériques obtenues lors des contrôles pour corriger les résultats de points d'éclair subséquent ou pour l'établissement du biais de la méthode.

7.5.5 Lorsque le point d'éclair n'est pas compris dans les limites requises, vérifier l'état et le fonctionnement de l'appareil pour s'assurer de la conformité avec les précisions données en [A.1](#), notamment en ce qui concerne l'étanchéité du couvercle, l'action de l'obturateur, la position et le fonctionnement de la source d'inflammation, ainsi que l'angle et la position du système de mesure de la température. Après tout ajustement, répéter l'essai de l'[Annexe D](#) avec une nouvelle prise d'essai, en accordant une attention particulière aux détails de procédure spécifiés dans la présente méthode d'essai.

8 Échantillonnage

8.1 Prélever les échantillons conformément à l'ISO 3170, l'ISO 3171 ou l'ISO 15528, ou une norme nationale équivalente à moins d'un accord différent.

8.2 Placer un volume suffisant d'échantillon dans un récipient convenable vis à vis du matériau échantillonné et hermétiquement clos. Pour des raisons de sécurité et pour préserver l'intégrité de l'échantillon, s'assurer que le récipient est rempli entre 85 % et 95 % de sa capacité.

8.3 Stocker les échantillons dans les conditions qui réduisent les pertes par évaporation et les augmentations de pression.

IMPORTANT — Des points d'éclair élevés et erronés peuvent être obtenus si les précautions ne sont pas prises pour éviter la perte de composés volatils. Ne pas ouvrir les récipients inutilement, pour éviter la perte de composés volatils ou l'introduction possible d'humidité. Éviter le stockage des échantillons à des températures supérieures à 30 °C.

8.4 Pour les échantillons, pour le stockage, s'assurer que le récipient pour l'échantillon est bien fermé et ne fuit pas. Ne pas faire de transfert à moins que la température de l'échantillon ne soit inférieure d'au moins 17 °C au point d'éclair présumé ou à -35,0 °C, en choisissant parmi ces deux possibilités celle qui conduit à la température la plus élevée, avant d'ouvrir le récipient.

8.5 Ne pas stocker les échantillons dans des récipients perméables aux gaz, car des composés volatils peuvent diffuser à travers les parois de l'enceinte. Les échantillons dans des conteneurs fuyards sont suspects et ne peuvent pas fournir de résultats valides.

9 Manutention des échantillons

9.1 Généralités

Étant donné qu'il est nécessaire de détecter de faibles quantités de substances hautement volatiles contenues dans un échantillon reçu, il convient d'effectuer cet essai en premier lors de la réception d'un échantillon pour éviter la perte de ces composés volatils.

9.2 Sous-échantillonnage

9.2.1 Sous-échantillonner à une température d'échantillon qui est au moins 17 °C inférieure au point d'éclair présumé ou à -35,0 °C, en choisissant parmi ces deux possibilités celle qui conduit à la température la plus élevée, avant d'ouvrir le récipient.

Refroidir les liquides qui cristallisent en se plaçant juste au-dessus de leur point de fusion.

9.2.2 Des prises d'essai successives peuvent être prélevées dans le même récipient d'échantillon lorsque la seconde prise d'essai est prélevée avec le récipient d'échantillon rempli à au moins 50 %.